

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 60-127303

(43)Date of publication of application : 08.07.1985

(51)Int.Cl. C08F 6/00

(21)Application number : 58-234349 (71)Applicant : IDEMITSU PETROCHEM

CO LTD

(22)Date of filing : 14.12.1983 (72)Inventor : TODA TAKASHI

YAMAMOTO FUMITADA

KAWAMOTO YOSHINORI

(54) REMOVAL OF LOW-BOILING POINT COMPONENT FROM LIQUID

POLYMER

(57)Abstract:

PURPOSE: To efficiently remove at low temperatures under reduced pressure

low- boiling component(s) as odoriferous source from a liquid polymer, that is,

without impairing the properties of said polymer, by incorporating, in advance, specific amount of water or steam is said polymer.

CONSTITUTION: For example, 95W60(pref. 90W80)wt% of a liquid polymer such as butadiene, isoprene or polybutene is incorporated with 5W40(pref. 10W20)wt% of water or steam followed by keeping the system at 100W130°C under a pressure ≤ 50 mmHg, thus removing low-boiling components) (e.g. dimer, trimer as odoriferous source from said polymer.

EFFECT: Furthermore, capable of eliminating water-soluble catalysts in said polymer with said catalysts accompanying the water or steam.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's
decision of rejection]

[Kind of final disposal of application
other than the examiner's decision of
rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-127303

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)7月8日

C 08 F 6/00

7167-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 液状重合体からの低沸点成分の除去方法

⑯ 特 願 昭58-234349

⑰ 出 願 昭58(1983)12月14日

⑱ 発 明 者 戸 田 隆 司 徳山市大字徳山5000番地
⑲ 発 明 者 山 本 文 忠 徳山市大字徳山5000番地
⑳ 発 明 者 川 本 佳 典 徳山市舞車町6番16号
㉑ 出 願 人 出光石油化学株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
㉒ 代 理 人 弁理士 久保田 藤郎

明 細 書

1. 発明の名称

液状重合体からの低沸点成分の除去方法

2. 特許請求の範囲

1. 液状重合体からの低沸点成分の除去方法において、該液状重合体95～60重量%に対して水またはスチームを5～40重量%添加し、温度100～150℃、圧力50mmHg以下に保持しながら低沸点成分を除去することを特徴とする液状重合体からの低沸点成分の除去方法。

2. 液状重合体が共役ジエン系重合体である特許請求の範囲第1項記載の除去方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は液状重合体からの低沸点成分の除去方法に関し、詳しくはポリマー性状を変えることなく効率よく低沸点成分を除去する方法に関する。

常温で液状の重合反応生成物中には、副生成物であるモノマーの2量体、3量体或いはそれらの誘導体等の低沸点成分が含有されている場合が多い。

そのため、液状重合反応生成物の純度が低く、臭気がある等の問題を生じていた。

この低沸点成分の除去法として、一般的には高温、減圧下にて低沸点成分のストリップングを行なうことが知られている。

しかしながら、このように減圧蒸留における温度を上げたり、或いは真空度を上げててもなかなか低沸点成分は減少せず、また大きな温度上昇はポリマーの粘度を上昇させたり、増色、酸化臭が付くなど液状重合反応生成物の性状に変質を来たすおそれがあった。本発明者らはこのような従来の問題点を解消すべく鋭意研究を重ねた結果、液状重合反応生成物を減圧下にて低沸点成分を除去するにあたり、予め水またはスチームを該液状重合反応生成物に添加することにより低沸点で、すなわちポリマー性状に変質を来たすおそれがなく、効率よく低沸点成分を除去しうることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち本発明は、液状重合体からの低沸点成分の除去方法において、該液状重合体95～60

重量%に対して水またはスチームを5~40重量%添加し、温度100~130℃、圧力50mmHg以下に保持しながら低沸点成分を除去することを特徴とする液状重合体からの低沸点成分の除去方法を提供するものである。

本発明が対象としうる液状重合体、すなわち常温で液状の重合体としては特に制限はなく、様々な重合体が挙げられる。具体的には、例えばブタジエン、イソプレン、クロロプレン等の共役ジエン系重合体やポリブテン、ポリエチレン、ポリプロピレン等のオレフィン系重合体の他、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール等の重合体にも使用することができる。とりわけ従来の方法では共役ジエン系重合体から低沸点成分を除去することは困難であつたが、本発明によれば製品性状を変えることなく低沸点成分を除去することができ、しかもポリマー中の水溶性触媒も水あるいはスチームと同伴して除去することができるので、本発明は共役ジエン系重合体からの低沸点成分の除去に特に有効に用いることができ

る。しかも共役ジエン系重合体の場合、低沸点成分を除去するために従来のように減圧蒸留における温度を上げると特に酸化臭が付きやすいが、本発明によればこのような問題が解消されるのでとりわけ有効である。

本発明においては、上記の液状重合体95~60重量%に対して水またはスチームを5~40重量%、好ましくは、前者90~80重量%に対して後者を10~20重量%添加する。すなわち、好ましくは前者対後者の重量比が90/10~80/20の範囲となるようにする。ここで水またはスチームの添加量が5重量%未満であると除去効果が少なくまた、水またはスチームの添加量が40重量%を超えると処理量が増え、負荷が大きく能力アップを必要とするので好ましくない。

上記の如く、液状重合体に水またはスチームを添加した後、該液状重合体を下記条件下に保持しながら低沸点成分を除去する。

すなわち温度100~130℃、好ましくは110~120℃、圧力50mmHg以下、好まし

くは10mmHg以下に保持しながら処理する。ここで処理温度が100℃未満であると低沸点成分を十分に除去することは困難であり、一方130℃を超えるとポリマー性状に劣化を来すおそれがあり好ましくない。一方圧力が50mmHgを超えると除去効果が少ないので好ましくない。

この加熱、減圧処理は第1図に示したような攪拌機付の密閉装置を用いて行なうこともできるが、特に第2図に示したような薄膜蒸発器を用いて行なうことが好ましい。この薄膜蒸発器を用いる場合、回転数は線速度が6~15m/secになるように調整する。

なお、本発明を共役ジエン系重合体からの低沸点成分の除去に用いる場合、共役ジエン系重合体の製造にあたり、以下の処理を施しておけば、共役ジエン系重合体をポリマーの損失をほとんど伴うことなく、しかもポリマーの性状を変えることなく効率よく製造することができる。

すなわち、重合反応溶媒としてアルコールを含む溶媒を用い、重合触媒として水溶性触媒を用い

て共役ジエン系単量体を重合させ常温で液状の共役ジエン系重合体を製造するにあたり、前記共役ジエン系単量体を重合反応させ、次いで共役ジエン系単量体を含む反応混合物（すなわち、未反応或いは重合反応後加えた共役ジエン系単量体を含む反応混合物）から共役ジエン系重合体と共役ジエン系単量体を主成分とする油相を分離し、該油相から共役ジエン系単量体を除去するのである。

これにより、収率よくポリマーを製造することができるが、このようにして得られた共役ジエン系重合体に本発明の方法を適用すれば、さらにポリマーの性状を変えることなく低沸点成分を除去することができるので非常に好ましい結果をもたらす。

本発明によれば製品性状を変えることなく液状重合体から低沸点成分、すなわち臭気成分を除去することができる。しかも本発明によればポリマー中の水溶性触媒も水あるいはスチームと同伴させて除去することができる。

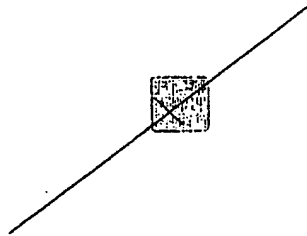
次に本発明を実施例により説明する。

実施例1～3および比較例1～3

下記①～④の組成を有する液状混合物を、第2図に示した4枚の回転翼5を有する薄膜蒸発器1(クリアランス0=1.5mm、伝熱面0.1m²)を用いて第1表に示した条件で処理した。結果を第1表に示す。

組成

- ① 共役ジエン重合体(製品) 96.5重量%
(出光石油化学物製 液状ゴム R-45HT)
- ② ビニルクロヘキセン(低沸点成分) 3.5重量%



第1表

	実施例			比較例		
	1	2	3	1	2	3
水/液状混合物(重量比)	20/80	40/60	40/60	0/100	0/100	0/100
処理液温度(℃)	119	115	115	119	115	124
真空度(mm Hg)	10	10	10	10	10	10
流量(kg/hr)	19.8	25.3	17.0	21.6	19.9	14.7
蒸発量(kg/hr)	5.8	5.5	5.9	痕跡	0.55	0.5
残量(kg/hr)	16.0	19.8	11.2	21.6	19.5	14.4
滞留時間(分)	1.8	1.4	2.0	1.67	1.83	2.5
線速度(m/sec)	10 ^{3.3}	10	10	10	10	5.5 ⁴
底部出口組成	ビニルクロヘキセン(ppm)	<10	<10	<10	427	646
	水(ppm)	105	101	110	51	90

- *1 ベーバー出口3よりの蒸発量
*2 底部出口4よりの抜き出し量
*3 回転数 920 r.p.m.
*4 回転数 615 r.p.m.

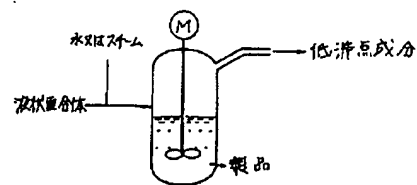
なお、比較例1～3の場合、実施例1～3に比べ臭気が強かった。

4. 図面の簡単な説明

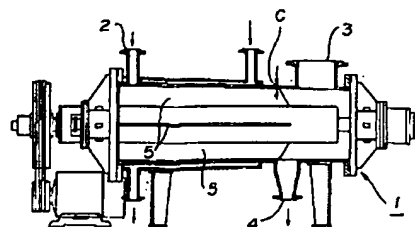
第1図は本発明の方法に使用する装置の1例を示す説明図であり、第2図は本発明の方法に使用する装置の他の例を示す一部切欠正面図である。

- 1…薄膜蒸発器, 2…原料入口,
3…ベーバー出口, 4…底部出口,
5…攪拌翼, 6…クリアランス

第1図



第2図



特許出願人 出光石油化学株式会社

代理人 弁理士 久保田 藤郎

